

32004L0016

13.2.2004.

EIROPAS SAVIENĪBAS OFICIĀLAIS VĒSTNESIS

L 42/16

**KOMISIJAS DIREKTĪVA 2004/16/EK**  
**(2004. gada 12. februāris),**  
**ar ko nosaka paraugu ņemšanas metodes un analīzes metodes alvas satura oficiālai kontrolei konservētos**  
**pārtikas produktos**  
**(Dokuments attiecas uz EEZ)**

EIROPAS KOPIENU KOMISIJA,

ņemot vērā Eiropas Kopienas dibināšanas līgumu,

ņemot vērā Padomes Direktīvu 85/591/EEK (1985. gada 20. decembris) par Kopienas metožu ieviešanu attiecībā uz paraugu ņemšanu un analīzi cilvēku uzturā lietojamo pārtikas produktu kontrolei <sup>(1)</sup>, kurā grozījumi izdarīti ar Eiropas Parlamenta un Padomes Regulu (EK) Nr. 1882/2003 <sup>(2)</sup>, un jo īpaši tās 1. pantu,

tā kā:

- (1) Komisijas Regulā (EK) Nr. 466/2001 (2001. gada 8. marts), ar ko nosaka atsevišķu piesārņotāju maksimālos pieļaujamos līmeņus pārtikas produktos <sup>(3)</sup>, kurā jaunākie grozījumi izdarīti ar Regulu (EK) Nr. 242/2004 <sup>(4)</sup>, ir noteikts maksimālais pieļaujamais neorganiskās alvas saturs konservētos pārtikas produktos un norādīti pasākumi, kas veicami, lai noteiktu izmantojamās paraugu ņemšanas un analīzes metodes.
- (2) Ar Padomes Direktīvu 93/99/EEK (1993. gada 29. oktobris) par papildu pasākumiem attiecībā uz pārtikas produktu oficiālo pārbaudi <sup>(5)</sup>, kurā grozījumi izdarīti ar Regulu (EK) Nr. 1882/2003, ievieš kvalitātes standartu sistēmu laboratorijām, ko dalībvalstis pilnvarojušas veikt pārtikas produktu oficiālo kontroli.
- (3) Būtu jāparedz vispārīgi analīzes metodes atbilstības kritēriji, lai nodrošinātu to, ka laboratorijās, kurās veic kontroli, izmanto tādas analīzes metodes, kuru efektivitāte ir salīdzināma. Ir arī ļoti svarīgi analīžu rezultātus izziņot un interpretēt vienotā veidā, lai nodrošinātu saskaņotu pieeju to piemērošanai visā Eiropas Savienībā. Šos interpretācijas noteikumus paredzēts piemērot analīžu rezultātiem, kas

iegūti par oficiālajai kontrolei pakļautajiem paraugiem. Analīzēm, kas vajadzīgas aizstāvības vai arbitražas vajadzībām, piemēro attiecīgās valsts tiesību normas.

- (4) Noteikumi par paraugu ņemšanu un analīzes metodēm ir izstrādāti, pamatojoties uz pašlaik pieejamām zinātnes atziņām, un tos var pielāgot, ņemot vērā zinātnes un tehnikas attīstību. Kopējā alvas satura analīzes metodes ir piemērotas neorganiskās alvas kontrolei. Iespējamo alvas organisko formu klātbūtni uzskata par niecīgu attiecībā pret maksimālajiem pieļaujamajiem daudzumiem, kas noteikti neorganiskai alvai.
- (5) Šajā direktīvā paredzētie pasākumi ir saskaņā ar Pastāvīgās pārtikas aprites un dzīvnieku veselības komitejas atzinumu,

IR PIENĒMUSI ŠO DIREKTĪVU.

*1. pants*

Dalībvalstīs veic visus nepieciešamos pasākumus, lai nodrošinātu to, ka paraugus alvas satura oficiālajai kontrolei pārtikas produktos ņem saskaņā ar metodēm, kas aprakstītas šīs direktīvas I pielikumā.

*2. pants*

Dalībvalstīs veic visus pasākumus, kas vajadzīgi, lai nodrošinātu to, ka paraugus alvas satura noteikšanai pārtikas produktos oficiālās kontroles nolūkā sagatavo un analizē atbilstīgi šīs direktīvas II pielikumā aprakstītajiem kritērijiem.

*3. pants*

Dalībvalstīs stājas spēkā normatīvie un administratīvie akti, kas nepieciešami, lai līdz 2004. gada 31. decembrim izpildītu šīs direktīvas prasības. Dalībvalstis tūlīt dara zināmus Komisijai minēto aktu tekstus un minēto aktu un šīs direktīvas korelācijas tabulu.

Dalībvalstis, pieņemot šos tiesību aktus, savos aktos ietver atsauci uz šo direktīvu vai arī šādu atsauci pievieno to oficiālai publikācijai. Dalībvalstis nosaka, kā izdarāma šāda atsauce.

<sup>(1)</sup> OV L 372, 31.12.1985., 50. lpp.

<sup>(2)</sup> OV L 284, 31.10.2003., 1. lpp.

<sup>(3)</sup> OV L 77, 16.3.2001., 1. lpp.

<sup>(4)</sup> OV L 42, 13.2.2004., 3. lpp.

<sup>(5)</sup> OV L 290, 24.11.1993., 14. lpp.

*4. pants*

Šī direktīva stājas spēkā divdesmitajā dienā pēc tās publicēšanas *Eiropas Savienības Oficiālajā Vēstnesī*.

Šī direktīva ir adresēta dalībvalstīm.

Briselē, 2004. gada 12. februārī

*Komisijas vārdā —*

*Komisijas locekle*

David BYRNE

---

## I PIELIKUMS

**PARAUGU ŅEMŠANAS METODES ALVAS SATURA OFICIĀLAI KONTROLEI KONSERVĒTOS PĀRTIKAS PRODUKTOS****1. Mērķis un darbības joma**

Paraugus alvas līmeņa oficiālajai kontrolei konservētos pārtikas produktos ņem saskaņā ar turpmāk aprakstītajām metodēm. Šādi iegūtos kopparaugus uzskata par partijas raksturojošiem. Atbilstību maksimālajam pieļaujamam līmenim, kas noteikts Komisijas Regulā (EK) Nr. 466/2001, nosaka, pamatojoties uz laboratorijas paraugus noteikto līmeni.

**2. Definīcijas**

Partija: identificējams pārtikas preču daudzums, kas piegādāts vienā reizē un kam ir oficiāli noteikti kopīgi raksturlielumi, piemēram, izcelsme, šķirne, iepakojuma veids, iepakotājs, nosūtītājs vai marķējums.

Apakšpartija: partijas daļa, kas izraudzīta paraugu ņemšanai, izmantojot noteiktu paraugu ņemšanas metodi. Katrai apakšpartijai jābūt fiziski nodalītai un identificējamai.

Elementārparaugs: tāda materiāla daudzums, kas ņemts kādā vienā partijas vai apakšpartijas vietā.

Kopparaugs: visu no partijas vai apakšpartijas ņemto elementārparaugu kopums.

Laboratorijas: paraugs: paraugs, kas paredzēts laboratorijai.

**3. Vispārīgie noteikumi****3.1. Personāls**

Paraugu ņemšanu saskaņā ar dalībvalstu norādījumiem veic pilnvarota persona.

**3.2. Materiāls, no kā ņem paraugus**

Paraugi no katras pārbaudāmās partijas jāņem atsevišķi.

**3.3. Piesardzības pasākumi**

Ņemot un sagatavojot paraugus, jāveic pasākumi, lai novērstu jebkuras izmaiņas, kas varētu ietekmēt alvas saturu, nelabvēlīgi ietekmēt analītisko noteikšanu vai padarīt kopparaugus par nereprezentatīviem.

**3.4. Elementārparaugi**

Elementārparaugus ņem pēc iespējas dažādās partijas vai apakšpartijas vietās. Atkāpes no šīs procedūras jāreģistrē protokolā.

**3.5. Kopparauga sagatavošana**

Kopparaugu izveido, apvienojot visus elementārparaugus. Šo apvienoto paraugu homogenizē laboratorijā.

**3.6. Paralēlie laboratorijas paraugi**

Paralēlos laboratorijas paraugus, kas paredzēti izpildes pasākumiem, tirdzniecībai (aizstāvībai) un arbitrāžai, ņem no homogenizētā kopparauga, ja tas nav pretrunā dalībvalstu noteikumiem par paraugu ņemšanu.

**3.7. Paraugu iepakošana un nosūtīšana**

Katru paraugu liek tīrā, inerta materiāla traukā, kas pārvadājot pietiekami pasargā no piesārņojuma un bojājumiem. Veic visus vajadzīgos pasākumus, lai novērstu jebkuras tādas izmaiņas parauga sastāvā, kas varētu rasties, to pārvadājot vai glabājot.

### 3.8. Paraugu plombēšana un marķēšana

Katru oficiālam lietojumam ņemtu paraugu plombē parauga ņemšanas vietā un identificē saskaņā ar attiecīgās dalībvalsts noteikumiem.

Katra paraugu ņemšana ir jāreģistrē, nodrošinot to, ka katru partiju var nepārprotami identificēt, un norādot paraugu ņemšanas vietu un dienu, kā arī visu analītiķiem noderīgo papildu informāciju.

## 4. Paraugu ņemšanas plāni

Ar paraugu ņemšanas metodi nodrošina, ka kopparaugs ir reprezentatīvs attiecībā uz pārbaudāmo partiju.

### 4.1. Elementārparaugu skaits

Minimālais paraugu skaits, kas jāņem no vienas partijas kārbām, norādīts 1. tabulā. Elementārparaugi, kas paņemti no katras kārbas, ir vienāda svara, lai iegūtu kopparaugu (skatīt 3.5. punktu).

1. tabula

#### Kārbu skaits (elementārparaugi), ko ņem, lai izveidotu kopparaugu

Kārbu skaits partijā vai apakšpartijā	Ņemamo kārbu skaits
1 – 25	vismaz 1 kārba
26 – 100	vismaz 2 kārbas
> 100	5 kārbas

Jāievēro, ka maksimālais pieļaujamais saturs ir spēkā attiecībā uz katru kārbu, bet, lai būtu iespējama testēšana, jāizmanto kopparauga pieeja. Ja kopparauga testēšanas rezultāts ir mazāks nekā maksimālais pieļaujamais saturs, bet ir tuvu tam, un ja ir aizdomas, ka atsevišķās kārbās varētu būt pārsniegts maksimālais pieļaujamais saturs, tad iespējams būtu jāveic padziļinātāks pētījums.

### 4.2. Paraugu ņemšana mazumtirdzniecības posmā

Mazumtirdzniecības posmā pārtikas produktu paraugi, ja iespējams, būtu jāņem saskaņā ar iepriekšminētajiem paraugu ņemšanas noteikumiem. Ja tas nav iespējams, var izmantot citas mazumtirdzniecībā efektīvas paraugu ņemšanas metodes, ja tās nodrošina reprezentatīvu partijas paraugu.

## 5. Partijas vai apakšpartijas atbilstība specifikācijai

Kontroles laboratorijā analizē laboratorijas paraugu apstiprināšanai vismaz divās neatkarīgās analizēs un aprēķina vidējo rezultātu.

Partija ir apstiprināta, ja vidējais rezultāts nepārsniedz attiecīgo maksimāli pieļaujamo saturu (kas noteikts Regulā (EK) Nr. 466/2001), ņemot vērā mērījumu neprecizitāti un atgūstamo korekciju.

Partija neatbilst maksimālajam pieļaujamajam saturam (kas noteikts Regulā (EK) Nr. 466/2001), ja vidējie rezultāti neapšaubāmi pārsniedz maksimālo pieļaujamo līmeni, ņemot vērā mērījumu neprecizitāti un atgūstamo korekciju.

## II PIELIKUMS

## PARAUGA SAGATAVOŠANA UN KRITĒRIJI ANALĪZES METODĒM, KO IZMANTO ALVAS SATURA OFICIĀLAJAI KONTROLEI KONSERVĒTOS PĀRTIKAS PRODUKTOS

## 1. Piesardzības pasākumi un vispārīgi apsvērumi attiecībā uz alvu

Pamatprasība ir bez sekundārā piesārņojuma iegūt raksturīgu un homogēnu laboratorijas paraugu.

Analītiķiem jānodrošina, ka paraugi netiek piesārņoti paraugu sagatavošanas posmā. Ja iespējams, ierīcēm, kas nonāk saskarsmē ar paraugu, jābūt izgatavotām no inertiem materiāliem, piemēram, tādām plastmasām kā polipropilēns, PTFE utt., un tām jābūt notīrītam ar skābi, lai samazinātu piesārņojuma risku. Augstas kvalitātes nerūsējošu tēraudu var izmantot, lai grieztu šķautnes.

Testa materiāla gatavošanā jāizmanto viss laboratorijā saņemtais parauga materiāls. Reproducējamus rezultātus nodrošina tikai precīzi homogenizēti paraugi.

Pastāv daudz apmierinoši precīzu paraugu sagatavošanas procedūru, ko var izmantot. Par apmierinošām uzskata procedūras, kas aprakstītas CEN standartā attiecībā uz "Mikroelementu noteikšanu – izpildes kritērijiem un vispārīgiem apsvērumiem" <sup>1</sup>, bet arī citas var būt līdzvērtīgas.

## 2. Laboratorijā saņemtā parauga apstrāde

Visu kopparaugu smalki sasmalcina (ja tas ir vajadzīgs) un rūpīgi sajauc, izmantojot tādu procesu, par kuru ir pierādīts, ka tajā homogenizācija ir pilnīga.

## 3. Paraugu dalīšana izpildes pasākumiem un aizstāvības mērķiem

Paralēlos paraugus, kas paredzēti izpildes pasākumiem, tirdzniecībai (aizstāvībai) un arbitrāžas mērķiem ņem no homogenizētās vielas, ja vien tas nav pretrunā dalībvalstu noteikumiem par paraugu ņemšanu.

## 4. Laboratorijā izmantojamā analīzes metode un laboratorijas kontroles prasības

## 4.1. Definīcijas

Še turpmāk ir dažas biežāk lietotajās definīcijas, kas jāievēro laboratorijā:

$r$  = atkārtotamība ir vērtība, zem kuras absolūtā starpība starp 2 atsevišķiem testa rezultātiem, kas iegūti atkārtotamības apstākļos (t.i., ar to pašu paraugu, to pašu iekārtu, tajā pašā laboratorijā un pēc īsa pārtraukuma), ir prognozējama dotās varbūtības robežās (parasti 95 %), un tāpēc =  $2,8 \times s_r$

$s_r$  = standartnovirze, ko aprēķina pēc rezultātiem, kuri iegūti atkārtotamības apstākļos

$RSD_r$  = relatīvā standartnovirze, ko aprēķina pēc rezultātiem, kuri iegūti atkārtotamības apstākļos  $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$ , kur  $\bar{x}$  ir visās laboratorijās un no visiem paraugiem iegūto rezultātu vidējais

$R$  = reproducējamība ir vērtība, zem kuras absolūtā starpība starp diviem atsevišķiem testa rezultātiem, kas iegūti reproducējamības apstākļos (t.i., iegūti dažādās laboratorijās no identiskas vielas, izmantojot standarta testēšanas metodi), ir prognozējama konkrētas varbūtības robežās (parasti 95 %);  $R = 2,8 \times s_R$

$s_R$  = standartnovirze, ko aprēķina pēc rezultātiem, kuri iegūti reproducējamības apstākļos.

$RSD_R$  = relatīvā standartnovirze, ko aprēķina pēc rezultātiem, kuri iegūti reproducējamības apstākļos  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ .

$HORRAT_r$  = aprēķinātais  $RSD_r$  dalīts ar  $RSD_r$  vērtību, kas aprēķināta no Horvica vienādojuma, izmantojot pieņēmumu  $r = 0,66R$

$HORRAT_R$  = aprēķinātā  $RSD_R$  vērtība dalīta ar  $RSD_R$  vērtību, kas aprēķināta no Horvica vienādojuma <sup>2</sup>

$U$  = izvērstā nenoteiktība, izmantojot paplašinājuma koeficientu 2, kas nodrošina apmēram 95 % ticamības līmeni.

4.2. *Vispārīgās prasības*

Analīzes metodēm, ko izmanto pārtikas pārbaudei, jāatbilst pielikuma 1. un 2. punkta noteikumiem Padomes Direktīvā 85/591/EEK (1985. gada 20. decembris) par Kopienas metožu ieviešanu attiecībā uz paraugu ņemšanu un analīzi cilvēku uzturā lietojamo pārtikas produktu kontrolei.

4.3. *Īpašas prasības*

Ja Kopienas līmenī nav paredzētas īpašas metodes alvas noteikšanai konservētos produktos, laboratorijas var izvēlēties jebkuru apstiprinātu metodi, ja vien tā atbilst izpildes kritērijiem, kas norādīti 2. tabulā. Validācijā ideālā gadījumā būtu jāietver sertificēti standarta materiāli.

2. tabula

**Alvas analīzes metožu izpildes kritēriji**

Parametrs	Vērtība/komentārs
Piemērojamība	Pārtika, kas norādīta Regulā (EK) Nr. 242/2004
Noteikšanas robeža	Ne vairāk kā 5 mg/kg
Kvantitatīvās noteikšanas robeža	Ne vairāk kā 10 mg/kg
Precizitāte	HORRAT <sub>T</sub> vai HORRAT <sub>R</sub> vērtības, kas kopējā pārbaudes izmēģinājumā ir mazākas nekā 1,5
Atgūšana	80 % līdz 105 % (no kopējā izmēģinājumā norādītā)
Specifiskums	Bez saistvielas vai spektrālās interferences

4.3.1. **Izpildes kritēriji – nenoteiktības funkcijas pieeja**

Tomēr pieeju, kas balstās uz nenoteiktības novērtējumu, var arī izmantot, lai novērtētu to analīzes metožu piemērotību, ko izmanto laboratorijas. Laboratorija var izmantot metodi, kas sniedz rezultātus maksimālās pieļaujamās standarta nenoteiktības robežās. Maksimālo pieļaujamo standarta nenoteiktību var aprēķināt, izmantojot šādu formulu:

$$Uf = \sqrt{(LOD/2)^2 + (0,1C)^2}$$

kur

$Uf$  ir maksimālā pieļaujamā standarta nenoteiktība

$LOD$  ir metodes noteikšanas iespēju robeža

$C$  ir interesējošā koncentrācija

Ja analītiska metode nodrošina rezultātu ar mērījumu neprecizitāti, kas ir mazāka nekā maksimāli pieļaujamā standarta nenoteiktība, metode ir vienlīdz atbilstoša kā tā, kas atbilst izpildes raksturlielumiem, kuri doti 2. tabulā.

4.4. *Atgūstamības aprēķins un rezultātu paziņošana*

Analīžu rezultātus reģistrē pēc atgūstamības korekcijas piemērošanas vai arī bez tās. Par reģistrācijas veidu un atgūstamības līmeni ir jāziņo. Analīžu rezultātus, kam piemērots atgūstamības korekcijas koeficients, izmanto, lai pārbaudītu atbilstību (skatīt I pielikuma 5. punktu).

Analītiķim jāņem vērā "Saskaņotās pamatnostādnes atgūstamās informācijas izmantošanai analītiskos mērījumos"<sup>3</sup>, kas izveidoti saskaņā ar IUPAC/ISO/AOAC. Šīs pamatnostādnes palīdz atgūstamības koeficientu noteikšanā.

Analīžu rezultātus paziņo kā  $x \pm U$ , kur  $x$  ir analīzes rezultāts un  $U$  ir mērījumu neprecizitāte.

4.5. *Laboratorijas kvalitātes standarti*

Laboratorijām jāatbilst Padomes Direktīvai 93/99/EEK (1993. gada 29. oktobris) par papildu pasākumiem attiecībā uz pārtikas produktu oficiālo pārbaudi.

#### 4.6. Citi apsvērumi analīzei

##### Piemērotības pārbaude

Līdzdalība atbilstošās piemērotības testēšanas shēmās, kas atbilst "Starptautiskajam saskaņotajam protokolam (ķīmisko) analītisko laboratoriju piemērotības testēšanai" <sup>4</sup>, kurš izveidots IUPAC/ISO/AOAC pārziņā.

Dažas šīs shēmas īpaši attiecas uz alvas noteikšanu pārtikā, un līdzdalība šādā shēmā ir ieteicamāka nekā līdzdalība vispārējā shēmā metālu noteikšanai pārtikā.

##### Iekšējā kvalitātes kontrole

Laboratorijām jāspēj parādīt, ka tajās ir noteiktas iekšējās kvalitātes kontroles procedūras. To piemēri ir "ISO/AOAC/IUPAC Pamatnostādnes par iekšējo kvalitātes kontroli analītiskās ķīmijas laboratorijās" <sup>5</sup>.

##### Parauga sagatavošana

Jāparūpējas, lai nodrošinātu, ka visa alva paraugos tiek ievietota šķīdumā analīzei. Ir atzīts, ka paraugu šķīdināšanas procedūrai jābūt tādai, lai nenogulsnējas neviens hidrolizētā SnIV veids (t.i., tādi veidi kā alvas oksīds SnO<sub>2</sub>, Sn(OH)<sub>4</sub>, SnO<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O).

Sagatavotos paraugus jātur 5 mol/l HCl. Tomēr SnCl<sub>4</sub> ir viegli gaistošs, un tādēļ šķīdumus nevajadzētu vārīt.

#### IZMANTOTĀ LITERATŪRA

1. BS EN 13804:2002: Foodstuffs – Determination of trace elements – Performance criteria, general considerations and sample preparation, CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Brussels.
  2. W Horwitz, "Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs", Anal. Chem., 1982., 54, 67A – 76A.
  3. ISO/AOAC/IUPAC Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement. Edited Michael Thompson, Steven L R Ellison, Ales Fajgelj, Paul Willetts and Roger Wood, Pure Appl. Chem., 1999., 71, 337. — 348. lpp.
  4. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories), Edited by M Thompson and R Wood, Pure Appl. Chem., 1993., 65, 2123. — 2144. lpp. (Publicēts arī J. AOAC International, 1993., 76, 926. lpp.).
  5. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories), Edited by M Thompson and R Wood, Pure Appl. Chem., 1995., 67, 649. — 666. lpp.
-